

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

291 231

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 74 37241

(54) Procédé perfectionné de polymérisation anionique de lactame en extrudeuse et dispositif pour sa mise en œuvre.

(51) Classification internationale (Int. Cl.²). C 08 G 69/18; B 29 F 3/03.

(22) Date de dépôt 12 novembre 1974, à 14 h 23 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 24 du 11-6-1976.

(71) Déposant : Société dite : ATO CHIMIE, résidant en France.

(72) Invention de : Michel Biensan.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Marc-Roger Hirsch, Conseil en brevets.

La présente invention vise des perfectionnements aux procédés de polymérisation anionique de lactame en extrudeuse, ainsi qu'un dispositif pour la mise en oeuvre de ce procédé.

Elle se rapporte plus particulièrement à la polymérisation 5 des lactames ayant au moins six atomes de carbone et de préférence des lactames en C₆ à C₁₂.

On sait que les procédés classiques de polymérisation de 10 lactames en extrudeuse dans lesquels l'extrudeuse est alimentée par un ou plusieurs lactames, un catalyseur, par exemple un dérivé du sodium, et un promoteur, présentent des inconvénients : on rencontre fréquemment des bulles dans le jonc de sortie. En outre, après quelques heures de marche, l'extrudeuse n'est que partiellement remplie de matière polymérique (monomère plus polymère), le reste (de l'ordre de 30%) étant occupé par des gaz, à savoir de 15 l'azote, qui s'est dissous dans le lactame pendant la préparation du mélange réactionnel et se dégage dans l'extrudeuse, et des gaz de décomposition, autres que l'azote, provenant de réactions parasites.

Il en résulte une perturbation de la polymérisation, tant du 20 point de vue température que de celui de l'écoulement, ce qui entraîne une formation importante d'infondus.

La présente invention a pour objet de remédier à ces inconvénients et d'améliorer la régularité et la qualité de la polymérisation.

25 Le procédé selon l'invention, pour la polymérisation anionique de lactame en extrudeuse, selon lequel, de manière connue, on alimente l'extrudeuse par un ou plusieurs lactames, un catalyseur, et un promoteur, est caractérisé en ce que l'on dégaze le mélange de ces constituants, juste avant son entrée dans l'extrudeuse, à 30 une température comprise entre la température de fusion du lactame et la température de polymérisation, par mise à l'atmosphère dudit mélange.

Ainsi, dans le cas du lactame 12, la température de dégazage est comprise entre 150 et 200°C, de préférence entre 160 et 180°C.

35 Le dégazage, selon l'invention, est effectué par passage du mélange pendant quelques minutes dans un pot de dégazage raccordé directement à l'extrudeuse, à l'amont de celle-ci, pot que l'on purge périodiquement des gaz recueillis.

Comme une certaine proportion de gaz occlus n'est libérée que dans l'extrudeuse, on peut en assurer l'évacuation par le pot de dégazage en prévoyant suivant l'invention de surélever l'arrière de l'extrudeuse pour donner à l'axe de cette dernière une pente suffisante pour permettre aux gaz libérés dans l'extrudeuse de remonter dans le pot de dégazage et d'être ensuite évacués par mise à l'atmosphère.

En opérant suivant l'invention, il est possible de conserver continuellement l'extrudeuse en charge de lactame; la mise à l'atmosphère du mélange réactionnel, après addition au lactame du catalyseur et du promoteur, juste avant introduction dans l'extrudeuse, assure un dégazage spontané de ce mélange et permet l'élimination des gaz occlus.

On constate une nette amélioration de l'aspect du jonc extrudé et on peut assurer la marche convenable de l'installation.

L'invention ressortira mieux de la description suivante donnée uniquement à titre d'exemple, en référence à la figure unique du dessin annexé qui est un schéma d'une extrudeuse équipée, conformément à l'invention, d'un pot de dégazage.

Ce pot de dégazage 10 est de forme cylindrique; il est directement relié par sa base 11 à l'extrudeuse 12, à l'amont de celle-ci et est fermé à sa partie supérieure par un couvercle 13 que traversent une canalisation 14 d'amenée du mélange réactionnel et une tubulure 15 de mise à l'atmosphère, munie de moyens de purge 16.

Ce pot 10 comporte une double enveloppe 18 dans laquelle est mis en circulation, par des moyens non représentés, un fluide de chauffage.

On maintient ainsi la température du mélange dans ce pot à une température comprise entre la température de fusion du lactame et la température de polymérisation, par exemple entre 150 et 200°C dans le cas du lactame 12 et de préférence entre 160 et 180°C.

On alimente en 14 ce pot en mélange réactionnel, c'est-à-dire en lactame additionné de catalyseur et d'un promoteur.

Dans une variante, le catalyseur et le promoteur sont dissous chacun dans une fraction du lactame et les mélanges résultants lactame-catalyseur d'une part et lactame-promoteur d'autre part sont amenés séparément au pot de dégazage, le mélange réactionnel

lactame/catalyseur/promoteur étant alors formé dans le pot de dégazage.

Les catalyseurs et promoteurs utilisables suivant l'invention peuvent être l'un quelconque des catalyseurs et promoteurs connus, pour la polymérisation anionique des lactames, par exemple métaux alcalins tels que sodium et potassium, hydrures et hydroxydes de métaux alcalins en ce qui concerne les catalyseurs et isocyanates organiques, urées, amides, chlorures d'acides en ce qui concerne les promoteurs.

10 Les gaz occlus dans le mélange sont libérés dans le pot et on les purge périodiquement, par exemple toutes les deux heures. Le pot a, par exemple, une capacité égale à celle du volume libre de l'extrudeuse.

15 On notera que dans le cas où le mélange réactionnel est préparé en semi-continu par charge assurant une autonomie de quelques heures, le pot de dégazage joue un rôle de bac tampon et permet d'amortir les variations de régime que l'on peut observer lors des changements de fendoirs, par suite des différences de réactivité d'une charge à la suivante.

20 Il n'y a plus de formation de poche gazeuse dans l'extrudeuse, plus de vidange partielle de celle-ci et on peut obtenir une bonne régulation de l'extrusion.

25 Dans ce même but d'éliminer la formation de gaz dans l'extrudeuse, on incline avantageusement l'axe de l'extrudeuse 12 selon une pente de quelques pour cent en surélevant l'arrière de celle-ci.

EXEMPLE

Dans un essai de polymérisation anionique de lactame, on utilisait une extrudeuse sans pot de dégazage.

30 On alimentait l'extrudeuse par un mélange ayant une température de 170°C et constitué de dodécalactame renfermant 0,65% molaire d'hydrure de sodium et 0,65% molaire de promoteur. La température de l'extrudeuse se situait aux environs de 250°C et l'on obtenait un débit de 35 à 40 kg/heure de polydodécalactame.

35 Après 5 à 6 heures de fonctionnement, on observait l'apparition de bulles et d'infondus dans le jonc extrudé ainsi qu'une chute du débit du polymérisat dont le taux de monomère dépassait alors 0,5% en poids.

On constatait également après arrêt de l'installation qu'une

partie du volume de l'extrudeuse (environ 30%) était occupée par du gaz alors qu'au départ l'extrudeuse était complètement remplie de mélange à polymériser.

On répétait ensuite cet essai en utilisant une extrudeuse munie d'un pot de dégazage suivant l'invention, maintenu à 170°C, dans lequel on injectait le mélange réactionnel de dodécalactame, catalyseur et promoteur.

Après démarrage de la polymérisation, on purgeait les gaz contenus dans le pot de dégazage toutes les deux heures environ.

Après 24 heures de fonctionnement, le débit du produit extrudé n'avait pas varié, et le jonc obtenu restait exempt d'infondus et de bulles et présentait une teneur en monomère inférieure ou égale à 0,4%. Après arrêt de l'installation, on observait que l'extrudeuse était encore remplie complètement de mélange réactionnel.

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée à l'exemple ci-dessus, elle est susceptible de nombreuses variantes, accessibles à l'homme de l'art, suivant les applications envisagées et sans s'écartez pour cela de l'esprit de l'invention.

REVENDICATIONS

- 1.- Procédé de polymérisation anionique de lactame en extrudeuse, selon lequel, de manière connue, on alimente l'extrudeuse par un ou plusieurs lactames, un catalyseur et un promoteur, caractérisé en ce que l'on dégaze le mélange de ces constituants juste avant son entrée dans l'extrudeuse, à une température comprise entre la température de fusion du lactame et la température de polymérisation, par mise à l'atmosphère dudit mélange.
5
- 2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, dans le cas du lactame 12, la température de dégazage est comprise entre 150 et 200°C, de préférence entre 160 et 180°C.
10
- 3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le dégazage est effectué par passage du mélange pendant quelques minutes dans un pot de dégazage raccordé directement à l'extrudeuse, à l'amont de celle-ci, pot que l'on purge périodiquement des gaz recueillis.
15
- 4.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on suréleve l'arrière de l'extrudeuse pour donner à l'axe de celle-ci une pente de quelques pour cent.
20
- 5.- Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le montage, à l'arrière d'une extrudeuse, d'un pot de dégazage dont la base est raccordée directement à l'extrudeuse et dont la partie supérieure fermée comporte une ou plusieurs canalisations d'aménée des réactifs et une tubulure de mise à l'atmosphère.
25
- 6.- Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que ce pot de dégazage comporte une double enveloppe pour le passage d'un fluide de chauffage.
- 7.- Dispositif selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que le pot de dégazage comporte des moyens de purge.
30



